

昭 56 10.23 発行

特許法第17条の2の規定による補正の掲載
昭和49年特許願第70741号(特開昭
50-82143号 昭和50年7月3日
発行公開特許公報50-8222号掲載)につ
いては特許法第17条の2の規定による補正があつ
たので下記のとおり掲載する。

Int.CI ¹ .	識別 記号	序内整理番号
C08L 31/00		7823 4丁
33/00		7133 4丁
C08J 9/00		7365 4F

手 続 補 正 書

昭和56年6月17日

特許庁長官殿

1. 事件の表示

昭和49年特許願第70741号

2. 発明の名称

高分子電解質組成物

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所

氏 名 ザ、ダウ、ケミカル、コンパニー

4. 代理人

居 所

〒100 東京都千代田区大手町二丁目2番1号
新 大 手 町 ビ ル デ ン グ 3 3 1

住 所 (211) 3 6 5 1 (代表)

氏 名 (6669) 渋 村 勝

5. 補正命令の日付

昭和 年 月 日

減少

6. 補正により増加する発明の数 11

7. 補正の対象

明細書の特許請求の範囲の欄
発明の詳細な説明の欄

8. 補正の内容 別紙のとおり

特許庁

6.17

9. 添付書類の目録 同時に出願審査請求書を提出してあります。

- (1) 特許請求の範囲の欄を別紙の如く訂正する。
- (2) 明細書6頁7行「程度」を『速度』に訂正する。
- (3) 同10頁8行「分子」を『単位』に訂正する。
- (4) 同26頁1行「可溶」の後に『剤』を加入する。
- (5) 同28頁13行「重量」を『量』に訂正する。
- (6) 同34頁10行「VI」を『IV』に訂正する。
- (7) 同35頁13行「重量」の前に『2』を加入する。
- (8) 同36頁19行「メタクリル酸」を『メタクリル酸』に訂正する。
- (9) 同44頁15行「の方法」の前に『59』を加入する。
- (10) 同46頁14行「triton」を『Triton』に訂正する。
- (11) 同52頁6行の次行に以下の文を加入する。
『本発明は次の態様を包含する。
- (12) 高分子電解質を基準にして10重量%ないし

50重量%の可溶性可塑剤をも包含する特許請求の範囲第(1)項に記載の組成物。

(2) 前記の交叉結合剤がポリハロアルカノール、両性サルホニウム、ハロエポキシアルカン、ポリグリシジルエーテル、ビスフェノール-A-エピクロルヒドリンエポキシ樹脂、またはその混合物である特許請求の範囲第(1)項に記載の組成物または同第(2)項に記載の方法。

(3) カーボキシル高分子電解質が部分的に鹼化されたポリアクリレート溶液である特許請求の範囲第(1)項記載の組成物または同第(2)項に記載の方法。

(4) b)段階において溶液を不浸透性基質上に拡げそして交叉結合した高分子電解質フィルムをその基質から分離する追加段階を含んでフィルムが形成される特許請求の範囲第(2)項に記載の方法。

(5) フィルムを分解して薄片、細片またはその粉末を形成させるそれ以上の段階を含む上記第(4)項に記載の方法。

(6) 特許請求の範囲第(2)項に記載する方法によつて生成される水膨潤性フィルム。

- (7) 特許請求の範囲第(2)項に記載する方法によつて生成される水膨潤性被覆を有する物品。
- (8) その物品が天然または合成の纖維状基質を有する上記第(7)項に記載の物品。
- (9) その物品が発泡したポリマーである上記第(7)項に記載の物品。
- (10) b)段階において低級アルキルケトンまたは塩素化炭化水素からなる浴中にその溶液を押し出して押出された纖維を形成し、押出された纖維を浴から分離して纖維が形成される特許請求の範囲第(2)項に記載の方法。
- (11) 特許請求の範囲第(2)項に記載する方法によつて生成される水膨潤性纖維。』

2. 特許請求の範囲

- (1) 1) 溶剤の量を基準にして5ないし60重量%のカーボキシル高分子電解質またはその混合物、
2) 高分子電解質を基準にして少なくとも0.1重量%のカーボキシレート基と反応性の可溶性交叉結合剤、および
3) 水、低級アルコール、およびその混合物を含むことを特徴とする水膨潤性物品形成に有用なカーボキシル合成高分子電解質組成物。
- (2) a) 溶剤の量を基準にして5ないし60重量%のカーボキシル高分子電解質またはその混合物、高分子電解質を基準にして少なくとも0.1重量%のカーボキシレート基と反応性の可溶性交叉結合剤、および水、低級アルコール、およびその混合物を含む溶液を造り、
b) その溶液から被覆または纖維を形成し、そして
c) そのような被覆または纖維を加熱してその高分子電解質を交叉結合させそして過剉溶剤

を除去する
段階を序数とする水膨潤性高分子電解質被覆フィルムまたは纖維を造る方法。

⑯ 日本国特許庁

公開特許公報

優先権	第一回の国名 アメリカ合衆国	第一回の出願日 1973年6月20日第371909号	出願番号 19年月日第号
主張			

(¥2,000)

特許願 (特許法第38条ただし書) (の規定による特許出願)

特許庁長官 殿 昭和49年6月20日

1. 発明の名称
クワントンカイシンソセイブン
高分子電解質組成物

2. 特許請求の範囲に記載された発明の数 13

3. 発明者 アメリカ合衆国テキサス州レーク・ジャックソン、
居所 サザン・オーストロード 414
氏名 ジェームズ・リチャード・グロス (ほか名)

4. 特許出願人
住所 アメリカ合衆国ミシガン州ミッドランド、
アボット・ロード 2030

名称 ザ・ダウ、ケミカル、コンパニー
(代表者) ウィリアム・ミラー、イエス

国籍 アメリカ合衆国

5. 代理人
住所 〒100 東京都千代田区大手町二丁目2番1号
新大手町ビルディング331
電話 (211) 3651 (代表)
氏名 (6669) 井理士 浅村皓 (ほか3名)

⑪特開昭 50-82143

⑬公開日 昭50.(1975) 7. 3

⑭特願昭 49-70741

⑮出願日 昭49.(1974) 6. 20

審査請求 未請求 (全14頁)

厅内整理番号 7202 48
6843 48 6692 48
6692 48
7438 48

⑯日本分類

250/A12
250/C11.213
250/C14
250/C15
250/A29

⑰Int.Cl²
C08L 31/00
C08L 33/00
C08J 9/00

明細書

1. 発明の名称

高分子電解質組成物

2. 特許請求の範囲

- (1) 1) 溶剤の量を基準にして5ないし60重量%のカーポキシル高分子電解質またはその混合物、
- 2) 高分子電解質を基準にして少なくとも0.1重量%のカーポキシレート基と反応性の可溶性交叉結合剤、および
- 3) 水、低級アルコール、およびその混合物を含むことを特徴とする水膨潤性物品形成に有用なカーポキシル合成高分子電解質組成物。
- (2) 高分子電解質を基準にして10重量%ないし50重量%の可溶性可塑剤をも含有する上記第(1)項に記載の組成物。
- (3) a) 溶剤の量を基準にして5ないし60重量%のカーポキシル高分子電解質またはその混合物、高分子電解質を基準にして少なくとも0.1重量%のカーポキシレート基と反応性の

可溶性交叉結合剤、および水、低級アルコール、およびその混合物を含む溶液を造り、

- b) その溶液から被覆または繊維を形成し、そして
- c) そのような被覆または繊維を加熱してその高分子電解質を交叉結合させそして過剰溶剤を除去する

段階を特徴とする水膨潤性高分子電解質被覆フィルムまたは繊維を造る方法。

- (4) 前記の交叉結合剤がポリハロアルカノール、両性サルホニウム、ハロエポキシアルカン、ポリグリシジルエーテル、ビスフェノール-A-エピクロルヒドリンエポキシ樹脂、またはその混合物である上記第(1)項に記載の組成物または第(3)項に記載の方法。

(5) カーポキシル高分子電解質が部分的に軟化されたポリアクリレート溶液である上記第(1)項に記載の組成物または第(3)項に記載の方法。

- (6) b)段階において溶液を不浸透性基質上に掛けそして交叉結合した高分子電解質フィルムをその

基質から分離する追加段階を含んでフィルムが形成される上記第(3)項に記載の方法。

(7) フィルムを分解して薄片、細片またはそれらの粉末を形成させるそれ以上の段階を含む上記第(6)項に記載の方法。

(8) 上記第(8)項に記載する方法によつて生成される水膨潤性フィルム。

(9) 上記第(3)項に記載する方法によつて生成される水膨潤性被覆を有する物品。

(10) その物品が天然または合成の繊維状基質を有する上記第(9)項に記載の物品。

(11) その物品が発泡したポリマーである上記第(9)項に記載の物品。

(12) (i) 段階において低級アルキルケトンまたは塩素化炭化水素からなる浴中にその溶液を押し出して押出された繊維を形成し、押出された繊維を浴から分離して繊維が形成される上記第(3)項に記載の方法。

(13) 上記第(3)項に記載する方法によつて生成される水膨潤性繊維。

3. 発明の詳細な説明

本発明はカーボキシル型合成高分子電解質の水膨潤性物品を形成するのに有用な組成物に関するものである。

米国特許第3,669,103号および第3,670,731号から交叉結合をした重合体状吸収剤はたわみ性支持物の間に挟んで使い捨て用おしめまたは手当用品を得ることが可能なことは既知のことである。

さらに第2,988,539号、第3,393,168号、第3,514,419および第3,557,067号から水膨潤性交叉結合をしたカーボキシルゴボリマーを造り得ることが知られている。しかしながら、これらの先行技術のゴボリマーは共重合中に絶て交叉結合するかまたは重合後引続くカルボン酸基を中心とする水膨潤性高分子電解質の形成で交叉結合しそして従つてこれらの先行技術の高分子電解質は基質上の被覆としてまたはそれたわみ性フィルムとなつてその場で交叉結合させることは不可能である。

本発明はカーボキシル型合成高分子電解質の水膨潤性物品を形成するのに有用な組成物から成り、

(1) 溶剤を基準にして5ないし60重量%（望ましくは15ないし40重量%）のカーボキシル高分子電解質；(2) 高分子電解質を基準にして少なくとも0.1重量%（望ましくは10重量%より多くない量）のカーボキシレート基と反応性の交叉結合剤；および(3) 低級アルコール、水、またはそれらの混合物の溶剤を含むことにより特徴づけられる。これらの交叉結合剤の例はポリヘロアルカノール、両性スルホニウム、ハロエポキシアルケン、ポリグリシジルエーテル、ビスフェノールA-エピクロルヒドリンエポキシ樹脂およびそれらの混合物である。

フィルムまたは繊維を造るようある種の場合には、セルロースエーテル、セルロースエステル、アルキレングリコール、グリセリンおよびそれらの混合物のような可塑剤を、高分子電解質基準で10ないし50重量%（望ましくは15ないし25重量%）組成物中に含むことが望ましい。

本発明はさらに分離したフィルム、吸収剤物品、粒状物、繊維および各種の基材上で上記の組成物

が30°Cより高い温度、そして解ましくは90°ないし約150°Cに加熱されるこれらの方法からの生成物を造る方法を含む。これらの高温度の使用は高分子電解質の交叉結合および乾燥の促進に有利である。しかしながら、もしも希望するならば、熱の利用を省くことは可能である。

吸収剤物品の極めて高い製造精度を得るために、高分子電解質溶液中の水の大部分をメタノールまたはエタノールのような低級アルコールで置き替えることが望ましいであろう。この置換により与えられる固体%においてより低い溶液粘度が得られそして乾燥を促進する。

本発明の最終製品は従つて水膨潤性でありそして水性溶液を吸収する必要のある場合はいつでも役に立つ。種々の利用例は外科用ズポンジ、月経用タンポン、おしめ、肉用盆、紙タオル、使い捨て出入口マット、使い捨て浴槽マットおよび家庭愛玩動物用使い捨て寝わらである。

本発明に有用なカーボキシル合成高分子電解質の例はアクリルまたはメタクリル酸のモノポリオ

マーおよび1つまたはそれ以上のエチレン系不飽和コモノマーのアンモニウムまたはアルカリ金属の塩である。唯一の制限は、本発明に従つた高密度吸収性ポリマーの製造に有用なコポリマーは、いずれもその塩の形では本質的に水溶性でなければならないことである。無水マレイン酸およびマレインならびにフマル酸およびエステルの代替コポリマーは適当な塩基によつて水溶性ならしめた場合には有用である。遊離基付加共重合の技術に練達の人はそれらを水溶性ならしめるための十分なカーポキシレート官能性を含み従つて本発明に有用な適当なヘテロポリマーをいくらでも造りうるであろう。

容易に入手しうるモノマーから造り得てそれらの塩の形に変化させることが可能な適用しうるカーポキシルポリマーの一覧表は次のようにある：

- アクリル酸-アクリレートコポリマー
- アクリル酸-アクリルアミドコポリマー
- アクリル酸-オレフィンコポリマー

して高分子電解質物品を高湿度に対して極めて敏感にすることである。

例えば、もしもアクリレートがアルカリ性エス₂オルテル加水分解を通してそれに対応するアクリレートおよびアクリル酸塩のコポリマーに転換されるときは約80%またはそれ以上のアクリレート単位(mer)はポリマーが水溶性になる前に転換されなければならない。これはポリマー粒子に対し外側からのアルカリの攻撃のせいであつて、その際外側のポリマー分子は粒子の内部におけるもの以上にエステル加水分解によつてより多く変えられる。すべてのポリマーを可溶性にするために必要な高密度の加水分解において、結果として生じるポリマーはポリアクリレートに対するよりもポリアクリル酸の塩に対してより類似する。当初のポリアクリレートの柔軟さは塩のガラス状の脆さによつて置き換えられている。この脆さは水膨潤性(吸収剤)物品には甚だ好ましくない。

上に開示した種類の高分子電解質、即ちポリアクリレートを下記の方法で予め処理することによ

ポリアクリル酸

アクリル酸-芳香族ビニルコポリマー

アクリル酸-ステレンスルホン酸コポリマー

アクリル酸-ビニルエーテルコポリマー

アクリル酸-ビニルアセテートコポリマー

アクリル酸-ビニルアルコールコポリマー

メタクリル酸と上記のコモノマーの総てとのコポリマー

マレイン酸、フマル酸およびそれらのエステルと上記コモノマーの総てとのコポリマー

無水マレイン酸と上記コモノマーの総てとのコポリマー

もしも希望するならば、上述の高分子電解質は不活性有機溶剤中で80%、クロルスルホン酸または発煙硫酸との処理によつてスルホン化することが可能である。

上に示したように多くの場合高分子電解質溶液に可塑剤を添加してフィルムまたは注形物を柔軟くすることが望ましいであろう。可塑剤使用の欠点は多くの有効な可塑剤はまた湿润剤でもありそ

り、柔軟でそして従つて可塑剤の使用を必要としない被覆およびその他の高密度に水を吸収する物品の形成が可能であることがさらに見出だされた。

高分子電解質の望ましい種類はポリマー鎖中のアルキルアクリレートの単位の部分的酸化によつて予め処理されたポリアクリレートである。このように、従つて、30ないし70重量%のアルキルアクリレート分子がポリマー中にそのまま手がつかずに残されている場合には、部分的に酸化したポリアクリレート溶液から形成された交叉結合物品はグリセリンのようを特別の水溶性可塑剤を添加しなくても柔軟かくそしてたわみ性である。

この望ましい方式においては、最終製品が造られる前に、そのポリアクリレートはアルキルブタクリレートまたはそれらとアルキルメタクリレートの混合物がアルカリ金属水酸化物溶液と部分的に酸化されて造られる。一般に、このポリアクリレートを造る方法は水性アルカリ金属水酸化物溶液中に

(1) アルキル基が1-10個の炭素原子を有す

るアルキルアクリレート、アルキル基が4-10個の炭素原子を有するアルキルメタクリレート、またはそれらの混合物の30ないし9.2重量%。

(2) 8ないし70重量%のオレフイン系不飽和カルボン酸、および

(3) 0ないし15重量%の1-4個の炭素原子をヒドロキシアルキル基中に有するα-ヒドロキシ-アルキルアクリレート

から成るポリアクリレートを溶解させて30ないし70重量%のアルカリ金属カーポキシレートを有するポリアクリレート溶液を形成させそしてこの薬液を酸化が完了するまで加熱する各段階によつて特徴づけられる。交叉結合剤は次いでここに開示されたようにしてこのポリアクリレートに添加される。

このアルカリ可溶性ポリアクリレートは乳化、懸濁、塊、または落葉重合技法のような既知の技法によつて造ることが可能である。

15ないし60重量%の不揮発性ポリマー固体

クリレートエステルの若干をアルカリ金属カーポキシレートに転換または酸化しそして使用されたポリアクリレートのカーポキシル基を中和してアルカリ金属カーポキシレートにするのに十分であつてそれによつて転換されたポリアクリレートは30ないし70重量%のアルカリ金属カーポキシレートを有することになる。

本発明に使用されるオレフイン系不飽和カルボン酸はモノまたはポリカルボン酸が可能である。

モノ-オレフインのモノカルボン酸の例はアクリル、メタクリル、クロトン、インクロトン、アンゲリカ、チグリン、セネシオ酸またはそれらの混合物である。

モノ-オレフインのポリカルボン酸の例はマレイン、スマール、イタコン、アコニット、テラコン、シトラコン、メサコン、グルタコン酸である。

本発明に有用な交叉結合剤の実例には1,3-ジクロルインプロパノール；1,3-ジブロムイソプロパノールのようなポリハロアルカノール；ノボラック樹脂のテトラヒドロチオフェン付加物

を有するアルカリ-溶解性ラテックスの使用が最も望ましい。

有用なアルキルアクリレートの例はメチルアクリレート、エチルアクリレート、プロピルアクリレート、ヘキシルアクリレートおよびこれに類するものである。有用なアルキルメタクリレートの例はブチルメタクリレート、ヘキシルメタクリレート、オクチルメタクリレート、デシルメタクリレートおよびこれに類するものである。

有用なオメガヒドロキシアルキルアクリレートの例は2-ヒドロキシエチルアクリレート、ヒドロキシメチルアクリレート、3-ヒドロキシプロピルアクリレートおよび4-ヒドロキシブチルアクリレートである。

前述のポリアクリレートは次いで水性アルカリ金属水酸化物薬液中に溶解される。一般に使用される水酸化物溶液の当量は重合したモノマーのモル濃度を基準にして30ないし70%であつてそして望ましい量は約40ないし約55%である。何れにしても、添加される水酸化物溶液の量はア

ののような両性サルホニウム（米国特許第3,660,431号中に開示されたような）；エピクロルヒドリン、エピアロムヒドリン、α-メチルエピクロルヒドリン、およびエビヨードヒドリンのようなハロエポキシアルカン；1,4-ブタンジオールジグリシルエーテル、グリセリン-1,3-ジグリシルエーテル、エチレングリコールジグリシルエーテル、プロピレングリコールジグリシルエーテル、ジエチレングリコールジグリシルエーテル、ネオペンチルグリコールジグリシルエーテル、約17.5ないし約38.0の範囲のエポキシ当量を有するポリプロピレングリコールグリシルエーテル、約18.2ないし約97.5の範囲のエポキシ当量を有するビスフェノールAエピクロルヒドリンエポキシ樹脂および前述のものの混合物がある。

前述の交叉結合剤の官能基の2つまたはそれ以上を含む化合物は同様に有用であることが期待されるであらうし、高分子電解質溶液の加熱または乾燥において遭遇する条件下でこれらの官能基を

親核置換における脱離基
(R¹=アルキルまたはアリール)

脱離基	基質
Cl ⁻	塩化アルキル R-Cl
Br ⁻	溴化アルキル R-Br
I ⁻	碘化アルキル R-I
HO ⁻	アルコール R-OH
RO ⁻	エーテル R-O-R, R-O-
$\begin{matrix} O \\ \\ R-C-O^- \end{matrix}$	エステル R-OC-O'
-OSO ₂ R'	アルキルサルホネート R-OSO ₂ R'
-OSOC ₂	アルキルクロルサルフアイト ROSOC ₂
-OPC ₂	アルキルクロルホスフアイト R-OPC ₂
-OPBr ₂	アルキルプロモホスフアイト R-OPBr ₂
-OSOR'	アルキルサルフイナイト ROSOR'
NH ₃ N ₂ SR ₂ '	テトラアルキルアンモニウムイオン R-N ⁺ R ₃ アルキルジアミンウムイオン R-N ⁺ ≡N トリアルキルサルホニウムイオン R-S ⁺ R ₂

第 II 表には本発明において交叉結合剤として使

用される数個の実例的化合物および本発明に従つて不溶性であるがしかし高密度に膨潤性の高分子電解質を得るために使用可能限度を表示する。一度不溶性に到達すると交叉結合剤のより高い水準は水性媒質中で膨潤してより引締つた、不安定さの少ないゲルだがより低い実際吸収力のポリマーを与える。

第 II 表

交叉結合剤	ポリカーボキシレートに対する交叉結合剤	
	(高分子電解質の質量%)	混入水濃
1, 3-ジクロルインプロパノール	1-10%	
エビプロムヒドリン	0.5 - 1.0%	
エビクロルヒドリン	1-10%	
グリセリンジクリシジルエーテル	0.10-4.5%	
ノボラツクサルホニウムイオン	1-10%	

親核置換の速度は濃度に關係がありそして本発明における要素である。組成物中で、交叉結合剤の濃度が極めて低い場合には、反応速度は全く遅

くなる(ゲル化前のポット寿命は10-48時間)。一度この組成物が基質表面に適用されそして溶剤の蒸発が始まると、交叉結合速度は促進される。この時点で熱を加えると反応速度はそれ以上に増加する。

もしも始めの組成物によつて加熱、熟成、または過剰の交叉結合剤により交叉結合反応を進めた場合には本発明の吸収物品は加工不可能であらう。その組成物は漸進的により粘稠にして粘質になり遂にそれは抜け、吹き付けまたは筋糸が不可能な連続的ゲルを形成する。

本発明において有用な可塑剤の例はメチセルロース、エチセルロース、およびこれに類するもののようなセルロースエーテル；酢酸セルロース、酪酸セルロースおよびこれに類するもののようなセルロースエステル；エチレンクリコール、ジエチレングリコール、ナロビレンクリコール、およびこれに類するもののようなアルキレンクリコール；グリセリン、ジグリセリン(2, 3-ジヒドロキシプロピルエーテル)、トリグリセリン、

およびアルキル化フェノールの吸収エチレン誘導体およびこれに類するものである。

およびテトラグリセリンのようなグリセリン；平均分子量約200ないし約400を有するポリエチレングリコールがある。

本発明によつて水溶性フィルムを造る望ましい方法においては、上記の高分子電解質組成物を平な板あるいは金属、プラスチック、またはその他の不浸透性基質のローラーの上に抜けそして30℃より高い温度に加熱して高分子電解質を交叉結合させそして過剰の水および／またはアルコールを追い出す。そのフィルムは次いで板またはローラーからかき取り器によつて剥がして完全なフィルムを回収し引続く貯蔵または使用に供える。

ある場合には少量の界面活性剤を高分子電解質組成物に添加して流れやすくそして連続フィルムを水不浸透性基質から取外すのを助けることが望まれる。界面活性剤使用の二次的な利点は乾燥している吸収剤フィルム最終製品のねれやすさを増加することである。アニオン性または非イオン性界面活性剤の何れも使用可能である。有用な界面活性剤の例はアルキルスルホン酸ナトリウムお

よびアルキル化フェノールの吸収エチレン誘導体およびこれに類するものである。

同様に、吸収剤物品が造られるときには、基質になるべき物品はこの組成物で被覆され次いで被覆物は交叉結合される。本発明の目的に対して被覆段階は完全な被覆または断続的被覆を意味することとはいうまでもない。従つて繊維素中入れ糸、紙、織つたまたは不織の布およびこれに類するもののような繊維状基質が基質として使われる際に、この組成物は断続的に、即ち大きさ点、四角、または格子の線に適用して繊維質基質の固有の柔軟性を保ちそして同時にその水吸収性を広く改良することが可能である。この場合には可塑剤は不要である。木材パルプは高分子電解質組成物中にスラリーにして引き続きふくらませながら被覆することが可能である。

もしも希望するならば、上記のようにして造つた水溶性フィルムはそれ自身で赤ん坊のおしめの内面吸収層として使用が可能である。このフィルムは薄片、細長片または粉末に分解することが

しばしば有利である。これはフィルムをハンマーミル、配合機またはこれに類するものの中で破碎または粉砕することにより完成される。もしも長い手を細片を要するときには、適当な薄切り器によつてフィルムを幅広く薄切りにすることが可能である。

ある場合には、水溶性繊維が希望される。これらは上記の高分子電解質をアセトン、メチルエチルケトン、ジエチルケトンおよびこれに類するもののような低級アルキルケトンから成る浴中に押出して造ることが可能である。アルコール性組成物は塩素化炭化水素、即ち塩化メチレン、ペーカロルエチレンおよびこれに類するもののような非一水性収縮剤中に押出すことが可能である。この軟かい押出された繊維は次いで3本または5本ロールクラスター（cluster）のような何等か都合のよい手段によつて浴から取出しそして約30℃より高くそして望ましくは約70°ないし約150℃の範囲内の温度に加熱した室を通して運び高分子電解質繊維を乾燥しそして交叉結合させ

る。

交叉結合した高分子電解質の吸収力（高分子電解質1gにつきゲル化した浴液の容積）は合成尿（0.27N 塩化ナトリウム溶液）を使用し次の方法で決定する。

交叉結合をした高分子電解質の試料0.5gを計量して250mlのビーカーに入れ、0.27N 塩化ナトリウム溶液（150ml）をビーカーに注入しそして時々攪拌しながら室温において2時間寝かせておく。次いで膨潤した高分子電解質を炉過して乗めそしてゲル容量をポリマー量1gに対するゲル化溶液の容積として報告する。

次の実施例は單に説明のために与えられるものであつてこれによつて発明は制限されない。

実施例1

ポリ（イソブチレン-コ-無水マレイン酸）の二ナトリウム塩の浴液を脱イオン水で造つた。この浴液の14.7gに0.28g（8.7重量% 固体）の1,3-ジクロロインプロパンを添加した。ラウリルスルホン酸ナトリウムの2%浴液の10

尚もその中に加えた。泡が無くなるまで40分間静置した後に、この浴液を清浄なポリエチレンシート上に25ミルの引き幅で抜けた。乾燥したときにフィルムはポリエチレンから分かれる。一晩乾燥した後もフィルムはなお水溶性である。60°Cで30分の後にこのフィルムはそれ自身の重量の6.4倍の0.27N NaClを溶解せずに吸収する。100°Cで1時間後に吸収力(ゲル容量)はフィルム1gにつき25gの0.27N NaClでこれは交叉結合反応が本質的に完了したことを示す。

実施例2

ポリ(イソブチレン-コ-マレイン酸二ナトリウム)の2.5%水溶液を造りそしてこの浴液10gを0.28(8%)のエビプロムヒドリン、1mlの水、および2%のラウリルスルホン酸ナトリウム4滴と混合した。マイラー上にフィルムを伸ばし、マイラーシートからフィルムを剥がしそして100°Cで2時間硬化させた。このフィルムは0.27N NaCl浴液中5.6g/gの吸収力を与えた。

浴液に対して25cpsの粘度を有するメチルセルロース)を可塑剤として使用し実施例4を繰り返した。室温で一晩乾燥した後にフィルムは粒状であるがしかしたわみ性であつた。70°Cで2時間硬化させた後にこのフィルムは33.6g/gの0.27N NaClおよび22.6g/gの脱イオン水を吸収した。

実施例7

ポリ(イソブチレン-コ-アンモニウム-半アミドマレート)の2.5%水溶液をグリセリンジグリシジルエーテル(ポリマー基準で1.0重量%)グリセリン(ポリマーの3.0重量%)、および2%ラウリルスルホン酸ナトリウムの1.0滴で処理した。マイラーシート上にフィルムを伸ばしそして室温で一晩静置した。このフィルムの0.27N NaCl中の吸収力は10.2g浴液/gポリマーであつた。

実施例8-14

エビプロムヒドリンの代りに各種の量のグリセリンジグリシジルエーテルを交叉結合剤としてそ

実施例3

わずかに0.05g(2%)のエビプロムヒドリンを使用して実施例2を繰り返した。このフィルムはそれ自身の重量の7.6倍の0.27N NaClを溶解せずに吸収した。

実施例4

Rohm and HaasのアクリゾルA-5(ポリアクリル酸、水中2.5%固体)を化学量論的量のNaOHで中和しそして1.0重量%のエビプロムヒドリンで処理しそしてマイラー上にフィルムを伸した。85°Cで一晩乾燥した後にこのフィルムは0.27N NaCl中で5.4g/gの吸収力を与えた。

実施例5

0.25g(1.0重量%固体)のエビクロルヒドリンを交叉結合剤に使用して実施例2を繰り返した。70°Cで一晩乾燥した後にフィルムは0.27N NaCl中で9.2g/gの吸収力を与えた。

実施例6

1.0重量%のグリセリンジグリシジルエーテルおよび2.0重量%のMethocel^④ MC 25(2%水

てポリマー基準で3.0重量%のグリセリンを可塑として使用して実施例2を繰り返した。マイラーシート上にフィルムを伸ばしそして室温で一晩硬化させた。その結果は第Ⅲ表中に示す。

第Ⅲ表

実施例	グリセリンジグリシジルエーテル 重量%ポリマー	0.27N NaCl中の ゲル容量,g/g
8	1	5.2
9	2	3.5
10	3	3.6
11	4	2.6
12	5	2.8
13	6	2.6
14	30	1.4

第Ⅲ表はハロアルカノールおよびハロエボキシドに比べてグリセリンジグリシジルエーテルのより大きい活性(能率)を示す。高分子電解質を能率よく硬化するのに少ない量を必要とするばかりでなくまた硬化は室温で起きる。

実施例15

特開昭50-82143(8)

purifloc[®] N-17 アクリルアミドーナトリウムアクリレート コポリマーの 8% 水溶液を 1.0 重量% (ポリマーの) のグリセリンジグリシジルエーテル、2.5 重量% のグリセリン、1.5 滴の 2% ラウリルスルホン酸ナトリウムで処理しそしてフィルムを形成させた。室温で一晩乾燥させそして 80 °C の炉中で 30 分硬化させた後に、このフィルムは 0.27 N NaCl 中のゲル容量 1.5 g/g を与えた。

実施例 1.6

1.0 g の 2.5% 固体ボリ (イソブチレン-コ-マレイン酸二ナトリウム)、1.0 滴の 2% ラウリルスルホン酸ナトリウム、および 0.05 g (2.0%) のエビプロムヒドリンから成る水溶液で実験室用紙タオルを被覆した。乾燥したときにこの被覆紙は被覆されたタオルの全重量の 3.6% になつた。この被覆紙は脱イオン水中で 1.4.5 g/g タオルの吸収力を有しこれに比べて未処理タオルは 2.54 g/g であつた。

実施例 1.7

溶液に対し 1.73 cpe) のアンモニウム-半アミド塩を上記実施例 1.8 のように処理した。このフィルムは 0.27 N NaCl 中で 5.4 g/g フィルムの吸収力を与えた。

実施例 2.0

わずか 1 重量% ポリマーのグリセリンジグリシジルエーテルを使用して実施例 1.9 を繰り返した。室温で一晩硬化させた後このフィルムは 1.3.2 g/g の 0.27 N NaCl を吸収した。

実施例 2.1

メチルビニルエーテル無水マレイン酸コポリマー (GAF Gantrez AN169) の二ナトリウム塩を 1.5% 固体の水溶液に造りそして交叉結合剤として 3.3% のグリセリンジグリシジルエーテルを使用して実施例 1.8 のようにしてフィルムを造つた。室温で一晩硬化させた後にこのフィルムはそれ自身の重量の 1.5.4 倍の 0.27 N NaCl を吸収した。

実施例 2.2

イソブチレン無水マレイン酸コポリマー (15.4 g、0.1 モル) を 2.00 ml のメチルアルコール中

先泡ポリスチレン肉皿を 2.0 g の 2.2% 固体ボリ (イソブチレン-マレイン酸二ナトリウム) および 0.17 g (4%) のジクロルインプロパンノールからなる水溶液で被覆した。一晩乾燥した後の被覆の重量は 0.7 g であつた。1.9 g 溶液 / g 被覆の容量に対して被覆した皿は 1.3.5 g の 0.27 N NaCl 溶液を吸収した。

実施例 1.8

エチレン-無水マレイン酸コポリマー (5% 水溶液に対する粘度 8.2 cps) のアンモニウム-半アミド塩を 2.5% の水溶液に造つた。8.0 g のこの溶液に 0.7 g のグリセリン、0.05 g (2.5 重量% 固体) のグリセリンジグリシジルエーテル、および 1.0 滴の 2% ラウリルスルホン酸ナトリウムを配合した。この溶液をマイラーシート上に 1.5 ミル幅を使用して伸ばしそして室温で 2 日間硬化させた。このフィルムは 1 g のフィルムにつき 1.6 g の 0.27 N NaCl の吸収を与えた。

実施例 1.9

ステレン-無水マレイン酸コポリマー (5% 水溶液に対する粘度 17.3 cps) のアンモニウム-半アミド塩を上記実施例 1.8 のように処理した。このフィルムは 0.27 N NaCl 中で 5.4 g/g フィルムの吸収力を与えた。

この混合物を 50 °C で 24 時間搅拌して透明溶液を生じた。ポリマーを水中に沈殿させ、真空中で乾燥しそして希薄苛性水溶液に溶かすとコポリマーのメチル半エステルのナトリウム塩の 2.5% 溶液を生じた。

この溶液 1.0 g を 2.9 ml (1.16 重量%) のグリセリンジグリシジルエーテルおよび 1.0 滴の 2% ラウリルスルホン酸ナトリウムで処理をしそしてこの溶液をマイラーシート上に 2.5 ミルの引き棒で抜げてフィルムを造つた。室温で一晩硬化させた後、このポリマーは不溶性となりそして 3.52 g/g の脱イオン水および 3.9 g/g の 0.27 N NaCl を吸収した。

交叉結合水槽を 1.7 ml (0.68 重量%) に低めた場合には得られたフィルムは 5.5.6 g/g の希釈塩溶液および 7.20 g/g の脱イオン水を吸収した。この同一フィルムは 90 °C の炉中に 30 分間置いた後に 2.7 g/g の塩溶液を吸収したので交叉結合反応は完了していなかつたのである。

特開 昭50-82143(1)

実施例 2 3

コポリマーの無水物の形のものを水酸化ナトリウムと水の計算量中に溶解させてポリ(イソブチレン-コ-マレイン酸二ナトリウム)の40%固体水溶液を造つた。20gのこの溶液を0.4g(5重量%ポリマー)のグリセリンジグリシジルエーテルと混和した。押出室(Φ"×2")パイプで底部に球弁および押出機先端としてφ"管の出口を有した)を充たしそしてドーパ(cape)を垂直に12"の深さのアセトンの液浴中に押出した。導線糸を浴底部上に横みあげそして作業の終に引き出した。押出頭部を通して紡糸ドーパを加圧するためIC 25 psig の圧力下の電源を使用した。

100°Cで2時間乾燥した後に、繊維の吸収力を調べた。それは288/gの合成尿(0.27N NaCl)および1388/gの脱イオン水を吸収した。

実施例 2 4

ポリ(イソブチレン-コ-マレイン酸二ナトリウム)をポリマー重量の25%のグリセリンおよ

び2.5%グリセリンジグリシジルエーテルと共に調合した25%水溶液からマイラーシート上にフィルムを形成した。このフィルムを80°Cで1時間硬化させそして次に部屋の中で50%相保湿度に平衡させた。このフィルムを3"の幅片に切り裂き次にこれを約2mm巾の平な繊維に切断した。この繊維はそれ自身の重量の14倍の合成尿およびそれ自身の重量の55倍の脱イオン水を急速に吸収した。

実施例 2 5

イソブチレン無水マレイン酸コポリマーの二ナトリウム塩の25%固体水溶液を数滴の2%ラウリルスルホン酸ナトリウムおよび特許第3,660,431号の実施例3B中に開示したアリール両性サルホニウムのコポリマーの5重量%と共に混和した。

フィルムを形成しそして100°Cで13時間乾燥させた。練つたフィルムはそれ自身の重量の58倍の合成尿およびその重量の300倍の脱イオン水を吸収した。

実施例 2 6

ジナトリウムイソブチレン/無水マレイン酸コポリマーと0.75重量%のグリセリンジグリシジルエーテルとの25%水溶液からフィルムを造つた。100°Cで3時間硬化させた後にこのフィルムは72g/gの合成尿を吸収した。この乾燥フィルムを小片に粉碎すると同一吸収率を示しそして粉碎機中で磨碎して微粉末にするとこれは74g/g粉末の程度まで急速に合成尿を吸収した。

実施例 2 7-3 2

ポリ(アクリル酸メチル)のラテックスから水酸化ナトリウムを添加し水で希釈してポリ(アクリル酸ナトリウム-コ-アクリル酸メチル)、80%アクリル酸ナトリウムの7.5%水溶液を造つた。交叉結合剤としてグリセリンジグリシジルエーテルを種々の量で使用して、ガラス板上にフィルムを伸ばしそして炉中125°Cで1時間硬化させた。その結果は第IV表中に示す。

第 IV 表

実施例	グリセリンジグリシジルエーテル重量%ポリマー	0.27N NaCl中のゲル容量、g/g
27	2.5	17
28	1.0	19
29	0.5	25
30	0.25	41
31	0.10	98
32	0.00	0,溶解する

第IV表は、極めて少量の硬化剤を要したにかかわらず、この高分子電解質を全然含まない場合にはそのフィルムを乾燥し加熱した後でさえ水膨潤性にならないことを示す。良く引結つた水性ゲルのためには、少なくとも0.1重量%を要し、その正確な数量はポリマー、硬化、および最終用途によつて決まる。

実施例 3 3

ステレンスルホン酸ナトリウムとアクリル酸ナトリウムの90/10コポリマーの25%水溶液を、0.04重量%のK₂S₂O₈(過硫酸加里)の存在下

特開昭50-82143(10)

の 0.27 N NaCl 溶液中に分散させそして 1 時間攪拌させた後にこの膨脹したポリマーを 1.5 日 メッシュ網上に回収しそして計量した。このゲルは 4.1 g の重量でポリマー 1 g につき 8.2 g の吸収力であつた。

実施例 3.5

ポリ(エチレン-コ-マレイン酸モノブチル) Monsanto EMA 3122 の 5.0% 水溶液を 1 当量の水酸化ナトリウムで処理しそして 2.5% 固体にまで希めた。

この溶液を実施例 3.3 のようにして 1.5% D.E.R. 736 と配合しそしてフィルムを作り試験した。吸収力はポリマー 1 g 当り 3.9 g であつた。

実施例 3.6 - 4.4

次の組成を有する 3 混合物を造つた。

A 部分	B 部分	C 部分
6.0 g 脱イオン水	457.5 g アクリル酸エチル	175.0 g 脱イオン水
* 0.75 g Triton GR-5	77.2 g メタクリル酸	2.0 g 单亞硫酸
1.75 g 過硫酸ナトリウム		ナトリウム

上の溶液の試料を D.E.R. 736 エボキシ樹脂と配合しそして磨いたクロム板上に 2.5 ミルの引き締めで注形した。空気乾燥後、このフィルムを板から取り上げそして 150° の炉中に 2 時間置いた。各種のフィルムの 0.27 N NaCl 中の吸収力(ゲル容量)は第 V 表中に示した。

第 V 表

実施例	重量% D.E.R. 736	重量% アセトン	* 吸収力
3.6	0.15	0	57.4
3.7	0.2	0	36.2
3.8	0.25	0	34
3.9	0.25	20	57.4
4.0	0.5	20	28.2
4.1	1.0	20	19.5
4.2	5.0	20	6.4
4.3	5.0	0	10.4
4.4	10.0	0	7.2

* D.E.R. 736 は始め 2 g のアセトンに溶かし次いで 8 g の 2.5% ポリマー溶液中に分散さ

てこのモノマー溶液を 50° で一晩加熱して造つた。この溶液の 8 分を 7.5 分(3%) のケリセリンシケリシジルエーテルと混合しそしてマイラー上にフィルムを注形した。空気中で 2 時間乾燥した後に、このフィルムを取り上げそして 90° の炉中に 1 時間置いた。ゲル容量は 4.5 g / g の 0.27 N NaCl であつた。

実施例 3.4

ポリアクリル酸 (Rohm and Haas Acrysol A-5) の 2.5% 溶液を水酸化ナトリウムの 1 当量で処理しそして 2.0% 固体にまで希めた。この溶液の 1.0 g を、ロープタノール中 D.E.R. 736 の 5% 溶液 8.0 g 、ポリマーに対して重量% の D.E.R. 736 、と混合した。D.E.R. 736 は 175 - 205 の E.I.N. を有する 250 分子量のポリプロピレングリコールのジクリシジルエーテルである。クローム板の上にフィルムを注形し、3 日間空気乾燥し次いで炉中 150° で 2 時間焼化させた。

この乾燥し焼化したフィルム (0.5 g) を 150

* シオクンチルナトリウムサルホサクシネット、A 部分を 2 l 反応瓶に入れそして緩慢に塩基を流しながら 40° に温めた。1.8 g の B 部分をこの反応瓶加熱引続 C 部分の全量を加えた。油膜を 59 - 41° に維持しながら B 部分の滴りをさらに 2.5 時間かけて滴加した。このラテックスを次いで 60° で 1.5 時間熟成し、30° に冷却しそして瓶に貯えた。このラテックスは 4.0% 重量% の不揮発分を含んでいた。

5.0% NaOH を 54.7.9 g の脱イオン水に溶かした 1.87.1.6 g の溶液をゆるく搅拌する中に上記ラテックス 1.12.5 g を 2.5 分かけて小滴にして加えた。ポリマーが全部溶解した後に、粘溶液を 50° で 2.2 時間煮して完全に糊化させた。その結果得られた溶液 (2.5.4% 固体) は 2.5° におけるブルックフィールド粘度 1.6.2.0 cps (16.5 スピンドル、10 rpm) を有した。このポリマーはモルで 5.0% のアクリル酸エチルと残余はアクリル酸およびメタクリル酸ナトリウムであつた。

せる。

第V表は、本質的に水に不溶性のエポキシ樹脂の場合には、高水準の硬化剤で十分な交叉結合を得るためにには共・溶剤またはアセトンのような担体が必要なことを説明する。極めて低い水準では、エポキシ樹脂単独を分散させて十分能率よく反応する。

実施例 45-52

D.E.R.⑥661 (475-575の範囲のエポキシ当量を有するビスフェノールA-エピクロルヒドリンエポキシ樹脂)の20%水性分散物を使用して実施例36-44の方法を繰り返した。このようにして造つたフィルムを同様の方法で試験した。その結果は第VI表中に示す。

実施例	第 VI 表		
	重量% D.E.R.⑥661	重量% アセトン	吸収力
45	2.0	20	7.8
46	2.5	20	40.6
47	3.0	20	46.6
48	3.0	0	3.6
49	4.0	20	38.4
50	5.0	20	32.4
51	5.0	0	28.8
52	10.0	0	19.4

第VI表は固体の、水に不溶性エポキシ樹脂の性能を示す。共・溶剤なしでは樹脂粒の表面においてだけでこの樹脂と高分子電解質が反応しそして極めて効率がよくない。共・溶剤中で膨潤した後に、交叉結合能率は著しく改良される。

実施例 53-61

硬化剤としてネオペンチルグリコールのジグリシジルエーテルを使用して実施例36-44の方法を繰り返した。その結果は第VII表中に示す。

第VII表

実施例	重量% DGENG*	重量% アセトン	吸収力
53	0.15	0	80
54	0.20	0	40.6
55	0.25	0	47.6
56	0.5	20	31.4
57	1.0	20	21.6
58	2.5	20	11.8
59	5.0	20	9.2
60	5.0	0	12
61	10.0	0	5.8

* DGENGはネオペンチルグリコールのジグリシジルエーテルである。

実施例 62-68

硬化剤として1,4-ブタンジオールのジグリシジルエーテル(DGEBD)を使用して実施例36-44の方法を繰り返した。その結果は第VIII表中に示す。

第VIII表

実施例	重量% DGEBD	重量% アセトン	吸収力
62	0.15	0	59.8
63	0.20	0	44.6
64	0.5	20	21.8
65	1.0	20	20.2
66	5.0	20	7.6
67	5.0	0	9.2
68	10.0	0	6.4

実施例 6.9

次の組成を有する 3 つの混合物を造つた。

A 部 分	B 部 分	C 部 分
478.0 g 脱イオン水	338 g アクリル酸エチル	150 g 脱イオン水
0.6 g 界面活性剤*	378 g アクリル酸 2-ヒドロキシエチル	2.3 g 亜硫酸ナトリウム
2.1 g 過硫酸ナトリウム	2.8 g メタクリル酸 8.4 g アクリル酸 5.1 g 三級-ドデシルメルカプタン	

* ジオクチルナトリウムサルホクシネット (Triton GR-5)。
▲ 部分を 2 ℥ 反応器に入れそして激しく窒素を流しながら 40 °C に温めた。18 ml の B 部分をこの反応器に加え続いて □ 部分の全部を加えた。温度を 39 - 41 °C に維持しながらさらに 2.5 時間に亘つて B 部分の残りを加えた。このラテックスを次いで 40 °C で 1.5 時間蒸煮し、30 °C に冷やして瓶に貯えた。このラテックスは 39.5 % の不揮発分を含んでいた。

上記で造つた 400 g のラテックスを 120 g

特開 昭50-82143(12)
の脱イオン水に溶かした水酸化ナトリウム 20 g と 75 °C において混合し 30 % ポリマー溶液を造りこれは 31.4 重量 % のアクリル酸およびメタクリル酸ナトリウムであつた。上の溶液 10 g に 30 mg のグリセリンジグリシルエーテル (ポリマーの重量に対し 1.0 % の硬化剤) を混ぜた。2.5 ミルの引き棒を使用して鏡面 - 仕上げのクロウム板上にシートを注形し、空気乾燥し、そして 70 °C で 1.5.5 時間および 90 °C で 0.5 時間炉中硬化を行なつた。このポリマーシートはそれ自身の重量の 2.3 倍の合成尿 (0.27 N NaCl 溶液) を上記吸収力試験において吸収した。

実施例 7.0 - 7.5

水酸化ナトリウムおよび硬化剤の量を変えて実施例 の方法を繰り返した。その結果は実施例 6.9 と共に第Ⅳ表中に示す。

実施例	モル比 A. モル比 A.	重量%硬化剤*	吸収力**	フィルムの性質
69	60.6	1.0	2.3	極めて軟か
70	42.7	0.15	7.0	幾分軟か
71	47.0	0.15	4.1	軟か
72	52.0	0.15	3.5	極めて軟か
73	42.7	0.25	2.9	幾分軟か
74	47.0	0.25	3.4	軟か
75	52.0	0.25	2.2	極めて軟か

注 A. = アクリル酸エチル
全実施例中に 8 モル % のアクリル酸ヒドロキシエチルが存在する。

* グリセリンジグリシルエーテル
** ポリマー 1 g につき 0.27 N NaCl の g 数

これらの実施例は軟かさと吸引力とは逆の関係にあることを示す。これらの実施例の最も至るところによい製品は約 50 % の残留アクリル酸エチルを含みそして約 0.15 重量 % のグリセリンジグリシルエーテルで交叉結合させたものである。

実施例 7.6

下記のモノマー混合物、およびより少ない開始剤を使用しそして分子量を上げるためにマーカプタン連鎖停止剤なしで実施例 6.9 を繰り返した。

A 部 分	B 部 分	□ 部 分
600 g 脱イオン水	437.5 g アクリル酸エチル	175 g 脱イオン水
0.75 g triton GR-5	77.2 g メタクリル酸	2.0 g 亜硫酸ナトリウム
1.75 g 過硫酸ナトリウム		

重合は 6.0 °C で実施しそして 40.6 % 不揮発分のラテックスを生じた。

5.0 % NaOH を 547.9 g の脱イオン水に溶か

した 187.16 g の溶液をゆるく攪拌する中に上記ラテックス 112.5 g を小流にして 25 分間に加えた。ポリマーが全部溶解した後に、粘稠溶液を 55 °C に 22 時間熱して硬化を完結させた。その結果得られた溶液 (25.4 % 固体) は 25 °C においてアルツクフィールド粘度 16,200 cps (5 倍スピンドル、毎分 10 回転) を有していた。このポリマーはモルで 50 % のアクリル酸エチルと残余はアクリル酸およびメタクリル酸ナトリウムであつた。

上の溶液 32 g を 1.6 mg (0.2 重量 %) のグリセリンジグリシジルエーテルと配合しそして 25 ミルの引き棒によつて磨いたクロウム板の上に注形した。空気乾燥の後、このフィルムを板から取り上げそして 150 °C の炉中に入れた。20 分の硬化後 0.27N NaCl 中のこのフィルムの吸収力 (ゲル容量) は 1 g のポリマーにつき 6.4 g 溶液であつた。このフィルムは炉から出して直ぐ強くそして柔軟でありそして引裂くためには折り目を必要とした。

ムの量を変えて実施例 7.6 のラテックスを造りそして硬化させた。各溶液の 8 g をグリセリンジグリシジルエーテルの異つた量と配合した。次いでフィルムを磨いたクロウム板上に注形し、14 時間空気乾燥し、そして炉中 150 °C で 2 時間硬化させた。上記したようにして吸収力を測定しそして 4.5 % 関係湿度における軟かさを記録した。これらの結果は第 X 表中に示される。

第 X 表

実施例	モル%	E.A.	重量%	G.D.E.	吸収力	軟かさ
81	55		0.2	44.4	軟か	
82	52		0.2	48.8	軟か	
83	50		0.2	49.6	幾分軟か	
84	40		0.2	57.2	もろい	
85	55		0.175	52.4	軟か	
86	52		0.175	58.8	軟か	
87	50		0.175	58.4	幾分軟か	
88	40		0.175	60.0	もろい	

E.A. = アクリル酸エチル

G.D.E. = グリセリンジグリシジルエーテル

実施例 7.6 で造つた 8 g の硬化した溶液を種々の量の 1,3-ジクロロイソプロパノールと混合しそして実施例 7.6 の方法でこれらの混合物からフィルムを注形しそして硬化させた。このフィルムのゲル容量は第 X 表中に示す。

第 X 表

実施例	D.O.I.P. の Mg	重量% D.C.I.P. 交叉結合剤	吸収力*
77	10	0.5	60
78	12	0.6	46
79	14	0.7	40
80	16	0.8	33

D.C.I.P. = 1,3-ジクロロイソプロパノール
* ポリマー 1 g につき 0.27N NaCl の g 数

これらの実施例は D.O.I.P. を使用する交叉結合剤の最適水準は硬化されるべきポリマーの 0.5 重量 % 近くであることを示す。

実施例 8.1 - 8.8

アクリル酸ナトリウムの含有量を変えるために実施例 7.7 に示した方法によつて水酸化ナトリウ

ムの量を変えて実施例 7.6 のラテックスを造りそして硬化させた。各溶液の 8 g をグリセリンジグリシジルエーテルの異つた量と配合した。次いでフィルムを磨いたクロウム板上に注形し、14 時間空気乾燥し、そして炉中 150 °C で 2 時間硬化させた。上記したようにして吸収力を測定しそして 4.5 % 関係湿度における軟かさを記録した。これらの結果は第 X 表中に示される。

次の組成を有する 3 混合物を造つた：

A 部分

23.0 g 脱イオン水

0.3 g Triton GR-5

1.0 g Na₂S₂O₈ (過硫酸ナトリウム)

10.0 g タイタコン酸

B 部分

2.0 g メタクリル酸

1.70 g アクリル酸エチル

C 部分

7.0 g 脱イオン水

1.25 g NaHSO₃

A 部分を 2 l 反応器に入れそして激しく攪拌を流しながら 60 °C に熱した。次いで 20 ml の B 部分を加え続いて C 部分の全部を加えた。B 部分の

特開 昭50-82143(14)

硬化フィルムの吸収力は合成樹による上記の吸収力試験において 1 g のポリマーにつき 4.1 g であった。

実施例 8 9 は重合処方および方法は著しく変えることが可能であるがしかしながら高吸収剤ポリマーの製造を可能にすることを示す。

代理人 浅村 雄
外 3 名

5.1 重量% のアクリル酸エチル

3.0 重量% のアクリル酸ナトリウム

12.5 重量% のメタクリル酸ナトリウム

重量%
6.5 イタコン酸二ナトリウム

3字

2.0 g の上記高分子電解質を 4.5 g の水および 7.5 g (0.15%) のグリセリンジグリシルエーテルと配合した。2.5 ミルの引き棒を用いて鏡面仕上げクロム板の上にフィルムを注形しそしてこのフィルムを室温で 6.5 時間空気乾燥し次いで炉中 50 °C で 10.5 時間硬化させた。最終の

6.添付書類の目録

(1) 領書	原本	1通	(4) 委任状及其の証文	各 1通
(2) 明細書	原本	1通	(5) 発明特許明書及其の証文	1通
(3) 内面	原本	1通	(6)	1通

7.前記以外の発明者、特許出願人または代理人

(1) 発明者

(2) 出願人

(3) 代理人

居 所 〒100 東京都千代田区大手町二丁目 2番 1号
新大手町ビルディング 331

電 話 (211) 3651 (代表)

氏 名 (7204)弁理士 浅村 雄

居 所 同 所

氏 名 (6926)弁理士 寺崎 孝一

居 所 同 所

氏 名 (6772)弁理士 西立人

